

PAT-NO: JP357042510A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 57042510 A  
TITLE: STORAGE OF SODIUM PERCARBONATE  
PUBN-DATE: March 10, 1982

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SUGANO, JUNICHIRO  
YUI, TOMOYUKI  
SUZUKI, TSURUKICHI  
FUJIMOTO, TSUNEO

INT-CL (IPC): C01B015/10

US-CL-CURRENT: 423/415.2

ABSTRACT:

PURPOSE: When granulated sodium percarbonate is stored, cooled air is blown into the storage tank to ensure stable storage of sodium percarbonate for a long period of time.

*observes  
to stabilize  
immediately  
after production* →

CONSTITUTION: When granulated sodium percarbonate, of high hygroscopicity and low storage stability, is stored in a tank, cooled air of less than 70% relative humidity and lower than room temperature is blown into the tank. The sodium percarbonate is cooled and simultaneously the atmosphere in the tank is replaced with the cooled air to decompose the hydrogen peroxide in the sodium percarbonate gradually and remove the formed water. The water contained in the sodium percarbonate and the humidity of the atmosphere in the storage tank are reduced to prevent the granules of sodium percarbonate to causing blocking with each other.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

----- KWIC -----

Abstract Text - FPAR (1):

PURPOSE: When granulated sodium percarbonate is stored, cooled air is blown into the storage tank to ensure stable storage of sodium percarbonate for a long period of time.

Abstract Text - FPAR (2):

CONSTITUTION: When granulated sodium percarbonate, of high hygroscopicity and low storage stability, is stored in a tank, cooled air of less than 70% relative humidity and lower than room temperature is blown into the tank. The sodium percarbonate is cooled and simultaneously the atmosphere in the tank is replaced with the cooled air to decompose the hydrogen peroxide in the sodium percarbonate gradually and remove the formed water. The water contained in the sodium percarbonate and the humidity of the atmosphere in the storage tank are reduced to prevent the granules of sodium percarbonate to causing blocking with each other.

Title of Patent Publication - TTL (1):

STORAGE OF SODIUM PERCARBONATE

Current US Cross Reference Classification - CCXR (1):

423/415.2

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-042510

(43)Date of publication of application : 10.03.1982

(51)Int.Cl.

C01B 15/10

(21)Application number : 55-117927

(71)Applicant : MITSUBISHI GAS CHEM CO INC

(22)Date of filing : 27.08.1980

(72)Inventor : SUGANO JUNICHIRO

YUI TOMOYUKI

SUZUKI TSURUKICHI

FUJIMOTO TSUNEO

(54) STORAGE OF SODIUM PERCARBONATE

(57)Abstract:

PURPOSE: When granulated sodium percarbonate is stored, cooled air is blown into the storage tank to ensure stable storage of sodium percarbonate for a long period of time.

CONSTITUTION: When granulated sodium percarbonate, of high hygroscopicity and low storage stability, stored in a tank, cooled air of less than 70% relative humidity and lower than room temperature is blown into the tank. The sodium percarbonate is cooled and simultaneously the atmosphere in the tank is replaced with the cooled air to decompose the hydrogen peroxide in the sodium percarbonate gradually and remove the formed water. The water contained in the sodium percarbonate and the humidity of the atmosphere in the storage tank are reduced to prevent the granules of sodium percarbonate from causing blocking with each other.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

19 Japanisches Patentamt (JP)  
12 Offenlegungsschrift (A)  
11 Nr. der Offenlegungsschrift: Sho 57 - 42510  
43 Offenlegungstag: 10.03.1982  
Anzahl der Erfindungen: 1  
Prüfungsantrag: nicht gestellt (ungeprüft)  
Umfang der Offenlegungsschrift: 2 Seiten  
51 Int. Cl.<sup>3</sup>: C 01 B 15/10  
Ablagenummer des Patentamtes: 7508 - 4G

---

54 Verfahren zur Lagerung von Natriumpercarbonat  
21 Aktenzeichen der Anmeldung: Sho 55 - 117927  
22 Anmeldetag: 27.08.1980  
72 Erfinder: J. Sugano  
Nagoya-shi, Myoto-ku, Heiwagaoka 4-chome 181  
72 Erfinder: T. Aburai  
Yokkaichi-shi, Nishihino-machi 85  
72 Erfinder: T. Suzuki  
Yokkaichi-shi, Nishihino-machi 85  
72 Erfinder: T. Fujimoto  
Yokkaichi-shi, Nishihino-machi 85  
71 Anmelder: Mitsubishi Gas-Chemical Co., Ltd.  
Chiyoda-ku, Marunouchi 2-chome 5-ban 2-go  
Tokyo, Japan

## **Erfindungsbeschreibung**

### **1. Titel der Erfindung**

Verfahren zur Lagerung von Natriumpercarbonat

### **2. Erfindungsanspruch**

Verfahren zur Lagerung von Natriumpercarbonat, dadurch gekennzeichnet, daß im Lagerbehälter bei einer relativen Feuchtigkeit von höchstens 70 % Kühlluft mit einer Temperatur, die maximal in Höhe normaler Raumtemperatur liegt, zugeführt wird und bei der Kühlung der Natriumpercarbonatteilchen gleichzeitig die Atmosphäre im Lagerbehälter durch die jeweilige Kühlluft ersetzt wird.

### **3. Nähere Erläuterung der Erfindung**

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Lagerung von Natriumpercarbonat. Genauer gesagt betrifft sie ein Verfahren, bei dem bei der Lagerung von Natriumpercarbonat, das nach der Herstellung beispielsweise mit Hilfe eines Stromtrockners oder eines Lufttrockners unter Erwärmung getrocknet wurde, dem Lagerbehälter bzw. den Lagerbehältern Kühlluft zugeführt wird und gleichzeitig mit der Kühlung der Natriumpercarbonatteilchen die Atmosphäre im Lagerbehälter durch Kühlluft ersetzt wird.

Bei der Herstellung von Natriumpercarbonat in Teilchenform werden die betreffenden Teilchen, nachdem sie mit Hilfe eines Stromtrockners oder eines Lufttrockners unter Erwärmung getrocknet wurden, gesichtet und auf diese Weise zum Fertigprodukt konfektioniert und werden schließlich in den/die Lagerbehälter überführt und dort gelagert. Die Temperatur des nach der geschilderten Behandlung in den/die Lagerbehälter überführten Natriumpercarbonats ist in diesem Stadium höher als normale Raumtemperatur, und das Produkt befindet sich in einer

Atmosphäre mit hoher relativer Luftfeuchtigkeit. Ferner kommt es je nach der jeweiligen Jahreszeit vor, daß das Produkt bei der Überführung in den/die Lagerbehälter einer Atmosphäre mit sehr hoher Feuchtigkeit ausgesetzt ist.

Im allgemeinen ist Natriumpercarbonat sehr hygroskopisch, und da aus diesem Grunde eine schlechte Lagerfähigkeit vorliegt, ist es erforderlich, daß die Lagerung möglichst nicht in einer Atmosphäre mit hoher Luftfeuchtigkeit erfolgt und daß der Wassergehalt der Natriumpercarbonatteilchen möglichst gering gehalten wird. Das Natriumpercarbonat als Fertigprodukt hat normalerweise einen Wassergehalt in der Größenordnung von 1 - 2 %. Aufgrund dieses Wassergehalts bzw. aufgrund des Wassergehalts der in den Lagerbehältern befindlichen Luft wird das im Natriumpercarbonat enthaltene Wasserstoffperoxid allmählich unter Bildung von Wasser zersetzt, so daß es zum Zusammenklumpen des in den Lagerbehältern befindlichen Natriumpercarbonats kommen kann.

Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben intensive Untersuchungen mit dem Ziel durchgeführt, die obengenannten Probleme, die bei der Lagerung von Natriumpercarbonat als Fertigprodukt auftreten, zu lösen, und haben aufgrund dieser Untersuchungen die vorliegende Erfindung realisiert.

Die vorliegende Erfindung betrifft demnach ein Lagerungsverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß bei der Lagerung von Natriumpercarbonat so verfahren wird, daß im Lagerbehälter bzw. in den Lagerbehältern bei einer relativen Feuchtigkeit im Lagerbehälter von höchstens 70 % Kühlluft mit einer Temperatur von maximal normaler Raumtemperatur zugeführt wird und bei der Kühlung der Natriumpercarbonatteilchen gleichzeitig die Atmosphäre im Lagerbehälter durch die jeweilige Kühlluft ersetzt wird.

In der vorliegenden Erfindung sollte die Fließgeschwindigkeit der den Lagerbehältern zugeführten Kühlluft in einer Größenordnung liegen, bei der die Natriumpercarbonatteilchen nicht fluidisiert werden. Normalerweise sollte eine lineare Fließgeschwindigkeit von 0,1 - 1,0 cm/s eingehalten werden. Hinsichtlich der Austauschzeit der jeweiligen Kühlluft gibt es

2/29.4.

je nach dem Fassungsvermögen der betreffenden Behälter sowie je nach dem jeweiligen mittleren Teilchendurchmesser des Natriumpercarbonats mehr oder weniger große Unterschiede. Bei der oben angegebenen linearen Fließgeschwindigkeit sind Austauschzeiten von 2 - 10 Stunden ausreichend, wobei im Falle eines kleineren mittleren Teilchendurchmessers die relativ längeren Zeiten, im Falle eines größeren mittleren Teilchendurchmessers jedoch die relativ kürzeren Zeiten ratsam sind.

Bei Anwendung der vorliegenden Erfindung wird zugleich damit, daß das den Lagerbehältern zugeführte Natriumpercarbonat, das eine Temperatur oberhalb der Raumtemperatur aufweist, gekühlt wird, auch der Wassergehalt des Natriumpercarbonats als Fertigprodukt herabgesetzt.

Da ferner auch die in den betreffenden Behältern vorliegende Atmosphäre so eingestellt wird, daß die Feuchtigkeit gering ist, werden sowohl die Lagerfähigkeit als auch das Zusammenklumpverhalten bei der Lagerung entscheidend verbessert. Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelte Natriumpercarbonat ist zum einen, auch wenn es in normalen Räumen belassen wird, über einen langen Zeitraum stabil, und klumpt zum andern nahezu überhaupt nicht zusammen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich demnach um ein außerordentlich vorteilhaftes und industriell bedeutendes Verfahren für die Lagerung von Natriumpercarbonat.

Im folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand eines Ausführungsbeispiels konkret erläutert.

### Ausführungsbeispiel

Lagerbehältern mit Natriumpercarbonat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 80  $\mu\text{m}$  und 700  $\mu\text{m}$  wurde Kühlluft mit einer relativen Feuchtigkeit von 65 % und einer Temperatur von 25 °C zugeführt, wobei die mittlere lineare Geschwindigkeit bei 0,1 - 0,2 cm/s lag. Die Zufuhr erfolgte jeweils 8 Stunden und 3 Stunden. Anschließend wurde der Wassergehalt im Natriumpercarbonat bestimmt. Danach wurde das Produkt in einer Atmosphäre

von 35 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 80 % sowie in einem Raum bei normaler Raumtemperatur belassen. Nunmehr wurden Proben zu 50 g in Glasflaschen gefüllt, die verschlossen wurden. Die Proben wurden im Anschluß daran 30 Tage lang in diesen Glasflaschen belassen, um die Lagerbeständigkeit und das Zusammenklumpverhalten zu ermitteln.

Zum Vergleich wurden auch Proben genommen, die nicht wie oben angegeben mit Luft behandelt worden waren, um auf die gleiche Weise die Lagerbeständigkeit und das Zusammenklumpverhalten zu ermitteln.

Der Wassergehalt in dem im Ausführungsbeispiel untersuchten Natriumpercarbonat ergab sich, nachdem die betreffenden Proben in reinem Wasser aufgelöst worden waren, indem zunächst das enthaltene Natriumcarbonat nach JIS (Japanischer Industriestandard) K-1201 und dann das enthaltene Wasserstoffperoxid mit  $\frac{1}{4}$ normaler  $\text{KMnO}_4$ -Lösung bestimmt wurden und daraus die jeweiligen Konzentrationen an Natriumcarbonat und an Wasserstoffperoxid ermittelt wurden, als Rest.

Die Lagerbeständigkeit zeigte sich im Grad der Abnahme des Gehalts an aktivem Sauerstoff im Natriumpercarbonat. Dieser Grad der Abnahme wurde nach folgender Formel ermittelt:

$$\begin{aligned} \text{Grad der Abnahme des Gehalts an aktivem Sauerstoff} = \\ [(\text{Anfangsgehalt an akt. O}_2) - (\text{Gehalt an akt. O}_2 \text{ nach 30 d}) : \\ (\text{Anfangsgehalt an akt. O}_2) \times 100 (\%) \end{aligned}$$

Das Zusammenklumpverhalten wurde nur bei Proben untersucht, die im Raum bei normaler Raumtemperatur belassen worden waren. Die 30 Tage lang in den genannten Glasflaschen belassenen Proben wurden vorsichtig auf ein Sieb mit einer Maschenweite von 10 mesh gegeben. Der Grad des Zusammenklumpens ergab sich aus der nachfolgenden Formel:

$$\begin{aligned} \text{Grad des Zusammenklumpens} = [(\text{Menge auf dem 10-mesh-Sieb}) : \\ (\text{Gesamtmenge der Probe})] \times 100 (\%) \end{aligned}$$



Proben- Nr.	Kühlluft- Zuführung	Wasser- gehalt (%)	Abnahme des Gehalts an aktivem O <sub>2</sub> (%)		Grad des Zusammen- klumpens (%)	Mittlerer Teilchen- durchmesser (μm)
			35 °C 80 % RH	Raum- temp.		
1	nein	1,3	23	5	20	80
2	nein	1,6	22	6,5	25	700
3	ja	0,5	19,5	0,4	0	80
4	ja	0,7	20,0	0	0	700

Patentanmelder: Mitsubishi Gas-Chemical Co., Ltd.

Repräsentant: Taikichi AIKAWA

⑪ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 01 B 15/10

識別記号

庁内整理番号  
7508-4G

⑬ 公開 昭和57年(1982)3月10日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 2 頁)

## ⑭ 過炭酸ソーダの貯蔵方法

- ①特 願 昭55-117927  
 ②出 願 昭55(1980)8月27日  
 ⑦発 明 者 菅野順一郎  
 名古屋市名東区平和が丘4丁目1  
 81  
 ⑧発 明 者 油井知之

- 四日市市西日野町85  
 ⑨発 明 者 鈴木鶴吉  
 四日市市西日野町85  
 ⑩発 明 者 藤本常夫  
 四日市市東日野町1788  
 ⑪出 願 人 三菱瓦斯化学株式会社  
 東京都千代田区丸の内2丁目5  
 番2号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

過炭酸ソーダの貯蔵方法

## 2. 特許請求の範囲

過炭酸ソーダを貯蔵するに際して、貯蔵槽内に相対湿度70%以下で常温乃至それ以下の温度の冷気を送風し過炭酸ソーダ粒を冷却すると同時に貯蔵槽内の雰囲気気を該冷気で置換することを特徴とする過炭酸ソーダの貯蔵方法

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は過炭酸ソーダの貯蔵方法に関する。さらに詳しくは過乾気流乾燥機、あるいは気流乾燥機などにより加熱乾燥された過炭酸ソーダ粒を貯蔵するに際して、貯蔵槽内に冷気を送風して過炭酸ソーダ粒を冷却すると共に貯蔵槽内の雰囲気気を該冷気で置換する方法である。

過炭酸ソーダを製造する工程で、過乾された過炭酸ソーダは流動乾燥機、あるいは気流乾燥

機で加熱乾燥されたのち篩分けされ製品として貯蔵槽に移送され貯蔵される。この様な処理を経て貯蔵槽に移送された過炭酸ソーダ自体の湿度は未だ室温よりも高く比較的湿度の高い雰囲気下にある。また季節によつては貯蔵槽に移送される過程で非常に湿度の高い雰囲気中に曝露されることがある。

一般に、過炭酸ソーダは吸湿性が高く、貯蔵安定性に劣るためできるだけ湿度の高い雰囲気中に曝露しない様にし、過炭酸ソーダ粒の含水量を少なく保つことが必要である。また製品としての過炭酸ソーダ粒は通常1-2%程度の水分を保有しており、この保有水によつてあるいは貯蔵槽内の空気中の水分によつて、過炭酸ソーダ粒中の過酸化水素が貯蔵中に徐々に分解し水分が生成し、貯蔵中の過炭酸ソーダ粒の固結を惹き起すこともある。

本発明者らは、製品としての過炭酸ソーダを貯蔵する際に起る上記の点を解決すべき種々検討を行なつた結果本発明を見出した。

すなわち本発明は、過炭酸ソーダを貯蔵するに際して、貯蔵槽内に相対湿度70%以下で常圧乃至それ以下の温度の冷気を送風し過炭酸ソーダ粒を冷却すると同時に貯蔵槽内の雰囲気を通じて冷気と置換することを特徴とする貯蔵方法に関する。

本発明において貯蔵槽内に送風される冷気の流れ量は過炭酸ソーダ粒が流動化しない程度であればよく、通常送風速度0.1乃至1.0 cm/secの範囲である。また該冷気の送風時間は、貯蔵槽の容積、過炭酸ソーダの平均粒径等により多少の差異はあるが、上記の範囲の流速度で、2乃至10時間であれば十分であり、平均粒径が小の場合は比較的長時間を要するが平均粒径が大である場合は比較的短時間でよい。

本発明の方法によると、貯蔵槽に移送された未だ室温よりも高い温度を有する過炭酸ソーダは冷却されると共に、製品としての過炭酸ソーダ粒中の含水量も大幅に減少される。さらに、貯蔵槽内の雰囲気も湿気の少ない雰囲気となる

を調べた。

尚、比較のため上記の空気で乾燥しないものについても同様にして保存安定性及び固結性を調べた。

本実施例において、過炭酸ソーダ中の水分量は試料を純水に溶解したのち、比色ソーダはJIS K-1211に準じて測定し、遊離性水素は規定KMnO<sub>4</sub>で滴定して炭酸ソーダ及び遊離性水素量を求め、残りを水分とした。

保存安定性は、過炭酸ソーダ中の過炭酸含有率の低下率で示し、低下率は次式により求めた。

過炭酸含有率の低下率

$$= \frac{(\text{初期過炭酸含有率}) - (\text{30日後の過炭酸含有率})}{(\text{初期過炭酸含有率})}$$

$$\times 100\%$$

固結性は、室内に放置した試料についてののみ調べた。30日放置後のガラスビン中の試料を10メツシユの篩上に静かに取り出し、次式に

ので貯蔵中の保存安定性、固結性が大幅に改善され、本発明の方法により乾燥された過炭酸ソーダは、通常の室内に放置しても長期間にわたって安定であると共に固結性を殆んど有しないものである。

本発明の方法は、このように過炭酸ソーダの貯蔵において極めてすぐれた方法であり工業的に有用な方法である。

次に本発明の方法につき実施例を挙げて具体的に説明する。

#### 実施例

平均粒径80μ及び700μの過炭酸ソーダの貯蔵槽内に、相対湿度65%、温度25℃の空気を平均解速0.1乃至0.2 cm/secの範囲でそれぞれ8時間及び5時間送風した。送風後過炭酸ソーダ粒中の含水量を測定したのち、55℃、80%RHの雰囲気下及び室内に放置したのち、試料50gをガラスビンに採取し密栓して30日間放置し保存安定性及び固結性を調べた。

より固結量で示す。

$$\text{固結量} = \frac{10\text{メツシユ篩上の質量}}{\text{試料の総質量}} \times 100\%$$

実験 番号	冷気送風 後の有水分 率	過炭酸含有率の低下率		固結量		平均粒径
		55℃、 80%RH	室内	(%)	(%)	
1	無	1.3	23	5	20	80
2	"	1.6	22	0.5	25	700
3	有	0.5	19.5	0.4	0	80
4	"	0.7	20.0	0	0	700

特許出願人 三菱瓦斯化学株式会社

代表者 相 川 泰 吉